

	APP	REA	VAL	COM	SECU

Prérequis

TP02 : réaliser un montage à reflux, prélever les réactifs pour une synthèse

1. L'estérification

• L'estérification est un exemple de la réactivité des alcools. Il s'agit d'une synthèse chimique au cours de laquelle un alcool réagit avec un acide carboxylique pour former un ester et de l'eau. L'estérification est une transformation très lente en l'absence de catalyseur.

• Les esters ont souvent une odeur agréable, parfois à l'origine de l'arôme naturel des fruits, et sont beaucoup utilisés pour les arômes synthétiques.



2.1. Synthèse

- Introduire dans un ballon sec 58 mL d'éthanol et 57 mL d'acide éthanoïque pur.
- Ajouter 0,5 g d'acide para-toluène-sulfonique (APTS)
- Ajouter quelques grains de pierre ponce pour réguler l'ébullition.
- Chauffer le mélange à reflux (Revoir la TE02 si nécessaire) pendant environ 45 min. puis laisser refroidir dans un bain d'eau froide, en maintenant la circulation d'eau.

2.2. Neutralisation du milieu réactionnel

- Introduire dans le ballon 50 mL d'une solution saturée d'hydrogénocarbonate de sodium.



Il y a une forte effervescence, due à la formation de dioxyde de carbone.

- Agiter prudemment pour éliminer le dioxyde de carbone qui se forme.
- Lorsque le dégagement gazeux devient négligeable, transvaser le contenu du ballon dans une ampoule à décanter en retenant la pierre ponce. Agiter, décanter puis éliminer la phase aqueuse.
- Vérifier le caractère basique de la phase aqueuse à l'aide de papier pH. Sinon, recommencer.

2.3. Relargage du produit formé

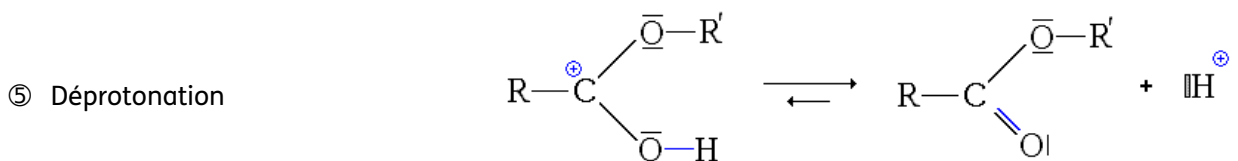
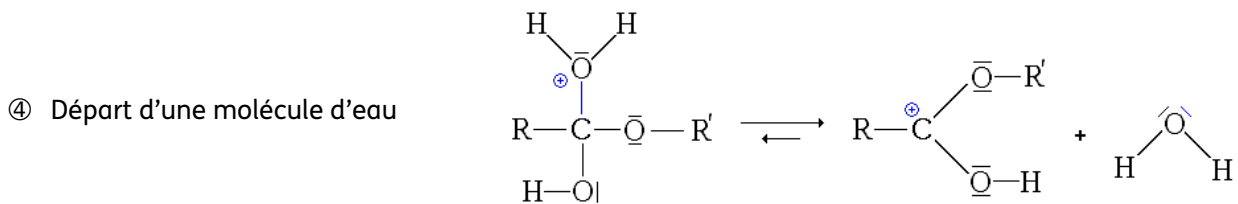
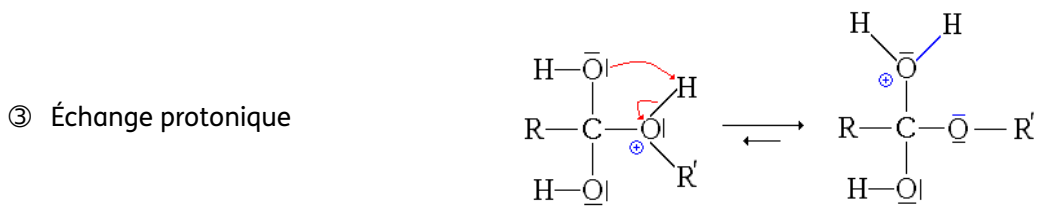
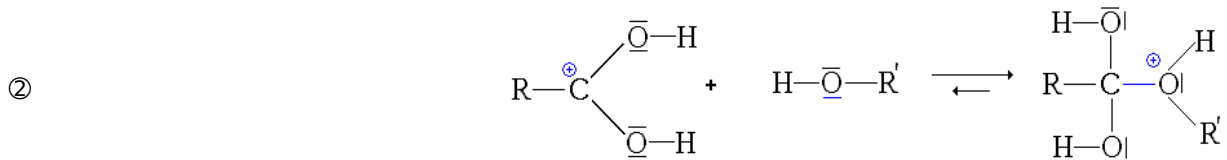
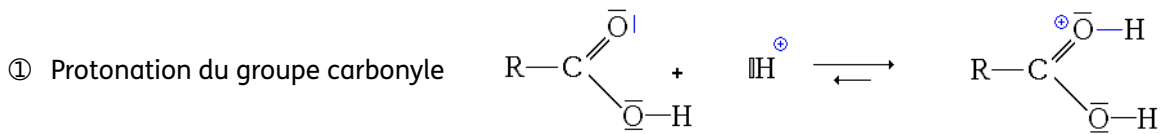
- Ajouter environ 50 mL d'eau salée saturée dans l'ampoule, agiter modérément, décanter.
- Éliminer la phase aqueuse dans le verre à pied poubelle.
- Recueillir la phase organique dans un récipient propre et sec.

2.4. Séchage de la phase organique

- Ajouter une spatule de sulfate de magnésium anhydre, agiter à l'aide d'un mouvement tournant.
 - ↳ Si le temps le permet utiliser un agitateur magnétique.
- Recommencer tant que le liquide n'est pas trouble à l'agitation. (Le sulfate de magnésium anhydre s'agrège en présence d'eau.)
- Effectuer une filtration simple pour éliminer la phase solide.
- Recueillir enfin l'ester dans un erlenmeyer propre, sec et préalablement taré.
- Déterminer la masse d'ester recueilli.

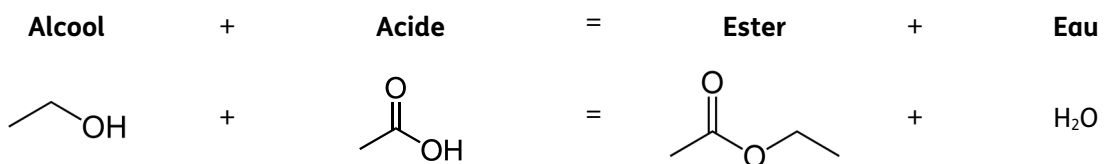
3. Étude mécanistique

• Ajouter les flèches manquantes sur les étapes du mécanisme suivant et nommer l'étape ②.



4. Détermination du rendement

• Le bilan de la réaction est :

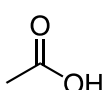
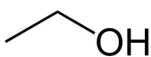
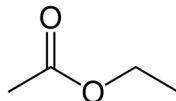
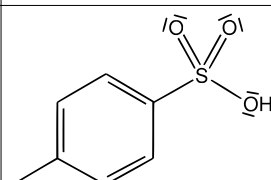






Rappel : calcul d'une masse. La relation entre la masse m (en g) d'un échantillon d'une espèce, le volume V de l'échantillon (en mL) et la densité de cette espèce est : $m = d \times \rho_0 \times V$ avec $\rho_0 = 1 \text{ g}\cdot\text{mL}^{-1}$.

Rappel : calcul d'une quantité de matière. La relation entre la masse m (en g) d'un échantillon, la masse molaire M (en $\text{g}\cdot\text{mol}^{-1}$) de l'espèce qu'il contient, et la quantité de matière n (en mol.) de cette espèce dans l'échantillon est : $n = \frac{m}{M}$.

- Calculer les quantités de matière de réactifs introduites dans le ballon.
 - ↳ Quel est le réactif en défaut ?
 - ↳ Déterminer la masse théorique maximale d'acétate d'éthyle que l'on pourrait former si la réaction était totale.
- Noter la masse d'ester obtenu : $m(\text{ester}) = \dots\dots\dots$ g.
 - ↳ En déduire le rendement de votre synthèse.

Données de sécurité

	Acide éthanoïque	Éthanol	Éthanoate d'éthyle	APTS
Formules	CH ₃ COOH	C ₂ H ₆ O	C ₄ H ₈ O ₂	C ₇ H ₈ O ₃ S
				
Ébullition (° C)	117,9	79	77	185 à 187
Fusion (° C)	16,64	- 114	- 83	106
Densité	1,05	0,79	0,92	1,24
Solubilité (20 °C)	Miscible à l'eau, alcool, acétone, etc.	Miscible à l'eau	Faible dans l'eau : 87 g·L ⁻¹ .	750 g·L ⁻¹ dans l'eau.
Aspect	Liquide incolore	Liquide incolore	Liquide incolore	Paillettes blanches
Pictogrammes				
Avertissement	Danger	Danger	Danger	Attention
DANGER : phrases H	Liquide et vapeurs inflammables. Provoque des brûlures de la peau et de graves lésions des yeux.	Liquide et vapeurs très inflammables	Liquide et vapeurs très inflammables Provoque une sévère irritation des yeux Peut provoquer somnolence ou vertiges L'exposition répétée peut provoquer dessèchement ou gerçures de la peau	Provoque une irritation cutanée. Provoque une sévère irritation des yeux. Peut irriter les voies respiratoires.
PRUDENCE/ Prévention : phrases P200	Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes. — Ne pas fumer. Maintenir le récipient fermé de manière étanche. Porter des gants de protection/des vêtements de protection/un équipement de protection des yeux/du visage.	Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes. — Ne pas fumer. Maintenir le récipient fermé de manière étanche.	Tenir à l'écart de la chaleur/des étincelles/des flammes nues/des surfaces chaudes. — Ne pas fumer. Maintenir le récipient fermé de manière étanche.	Conserver uniquement dans le récipient d'origine. Ne pas respirer les poussières/fumées/gaz/brouillards/vapeurs/aérosols. Éviter le rejet dans l'environnement. Porter des gants de protection/des vêtements de protection/un équipement de protection des yeux/du visage.